

благодаря чему играют важную роль в разных отраслях промышленности [1]. Россия входит в тройку лидеров по производству платиновых металлов, которые образуют валютный фонд государства.

Современный уровень развития науки и техники выдвигает задачу определения малых количеств веществ во все более сложных объектах. Наряду с другими методами при анализе следовых количеств широко применяются электрохимические инверсионные методы, поскольку при относительно простом аппаратном оформлении они приводят к хорошо воспроизводимым и правильным результатам.

Определение микроколичеств родия и платины в продуктах аффинажного производства труднорешаемая задача [2]. С аналогичной проблемой мы сталкиваемся и при анализе отработанных платино-родиевых катализаторов. Настоящая работа посвящена исследованию возможности прямого вольтамперометрического определения родия и платины из растворов их хлоридных и нитритных комплексов.

В работе исследовалась возможность определения платины (IV) и родия (III) с использованием различных фоновых электролитов: 2М HCl, 1М H₂SO₄, концентрированной муравьиной кислоты на компьютеризованном приборе вольтамперометрическом анализаторе ТА - 4 ООО «НПП ТОМЬАНАЛИТ».

Показана возможность применения углеродсодержащего электрода для определения родия и платины в одной и той же пробе.

Изучено мешающее влияние ионов серебра (I), палладия (II) и золота (I).

1.Буслаева Т.М. Платиновые металлы и их роль в современном обществе. Соросовский образовательный журнал, 1999, №11, с. 45-49.

2.Волкова Г.В., Щеглова Н.В. Вольтамперометрическое определение родия (III) и иридия (III, IV) в различных средах. Симпозиум «Теория и практика электроаналитической химии», 2010, Томск.

О МЕТОДИЧЕСКИХ ПРИЁМАХ ВЕЩЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА С ПОМОЩЬЮ СПЕКТРОСКОПИИ КРС

Карлисон А.В., Салюлев А.Б., Вовкотруб Э.Г.

Уральский федеральный университет

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН

620990, г. Екатеринбург, ул. С.Ковалевской/Академическая, д. 22/20

Лазерная спектроскопия КРС зарекомендовала себя как эффективный метод вещественного анализа гетерогенных реакционноспособ-

ных образцов, образующихся на отдельных этапах разнообразных технологических процессов. Этот метод может оказать существенную помощь в организации надёжного контроля хода протекающих реакций, поскольку позволяет исследовать *in situ* малоустойчивые вещества, находящиеся в разных агрегатных состояниях и при различных условиях. В настоящем сообщении рассматриваются отдельные методические приёмы проведения вещественного анализа, отработанные в Институте ИВТЭ УрО РАН [1]:

1. Исследования в макрокамере спектрометра “Microprobe MOLE”, Франция (Ag⁺-лазер с $\lambda = 514,5$ нм мощностью до 600 мВт, напряжение на ФЭУ 1,3 кВ, чувствительность усилителя 2×10^{-9} А). В этом случае образец находится непосредственно в стеклянной (кварцевой) запаянной реакционной ячейке, установленной на подвижном штативе. Аппаратура обеспечивает точное перемещение ячейки в различных направлениях относительно лазерного пучка диаметром порядка 0,1 мм, что позволяет проводить локальный безконтактный вещественный анализ интересующей зоны реакции с использованием оптической схемы рассеяния под углом 90^0 .

2. Регистрация спектров КРС под микроскопом спектрометра “Renishaw U1000”, Великобритания, оборудованного notch-фильтром и CCD камерой (Ag⁺-лазер, мощность до 25 мВт, объективы x20, x50, x100). В этом случае запаянная кварцевая ампула или микрокувета с образцом закрепляются на подвижной стеклянной подставке. Вертикально падающий луч лазера с помощью оптического микроскопа марки “Leica DMLM” фокусируется внутри капилляра, например на участке гетерогенного образца размером в несколько мкм², а рассеянный собирается под углом 180^0 (обратное рассеяние). Локальность вещественного анализа здесь, по сравнению с методикой 1, многократно (в 10 – 100 раз) возрастает. Появляются дополнительные возможности исследования образцов с микронеоднородностями или доступных только в микроколичествах, получения карт КРС образцов с высоким пространственным и спектральным (менее 1 см⁻¹) разрешением.

Рассмотренные спектроскопические методики позволяют надёжно определять вещественный состав образцов, обладающих особыми свойствами: а) чувствительных к побочному воздействию кислорода и влаги воздуха; б) устойчивых в среде агрессивных жидкостей, газов, паров; в) в ряде случаев – при повышенных температурах и давлениях; г) неоднородных (в том числе на микроучастках).

Приводятся примеры проведённых исследований по синтезу и идентификации методом спектроскопии КРС продуктов взаимодействия тетрахлоридов теллура и титана с хлоридами щелочных металлов.

1. Вовкотруб Э.Г., Салюлев А.Б., Стрекаловский В.Н. Вещественный анализ продуктов реакций, протекающих в среде агрессивных сжиженных газов, методом КР-спектроскопии // Проблемы спектроскопии и спектрометрии/ Межвуз. сборник научн. трудов. – Г. Екатеринбург: УГТУ-УПИ. 2010. Вып.26. С.201-208.

ТЕРМОДИНАМИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ УСЛОВИЙ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА ПО МОЛЕКУЛЯРНОМУ ПОГЛОЩЕНИЮ РО В ПЛАМЕНИ АЦЕТИЛЕН-ВОЗДУХ

Зайцева П.В., Пупышев А.А.

Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Появление нового типа атомно-абсорбционных спектрометров высокого разрешения с непрерывным источником спектра открыло возможность прямого определения Р, S, F, Cl, Br и I по молекулярному поглощению их двухатомных молекул [1]. В работе [2] изучены условия определения Р по поглощению одной из компонент молекулярной полосы РО в пламени ацетилен-воздух. Найден оптимальный режим анализа, обеспечивающий максимальную чувствительность измерений: расход ацетилена - 2 л/мин, расход воздуха - 14 л/мин, высота наблюдения над горелкой - 10 мм. Показано, что присутствие кальция и магния вызывает сильное подавление молекулярного поглощения РО, что связано с образованием термически устойчивых в данном пламени фосфатов кальция и магния [3]. Полное устранение такого депрессирующего влияния может быть достигнуто добавлением в пробы и градуировочные растворы титана, образующего с кальцием и магнием титанаты, более термически устойчивые, чем фосфаты.

Термодинамическое моделирование проводили с использованием программы TERRA с базой термодинамических данных ИВТАНТЕРМО. Расчетами установлено, что оптимальные условия образования молекулы РО в данном пламени соответствуют эксперименту. Получена теоретическая линейная градуировочная функция в диапазоне концентрации фосфора до 1000 мг/л, что также совпадает с экспериментом.

С использованием термодинамического моделирования изучено влияние кальция и магния на молекулярное поглощение фосфора в данном пламени. Расчеты выполнены для оптимальных условий образования молекул РО и при разных температурах пламени, что соответствует разной высоте наблюдения над горелкой. Установлено, что в присутствии кальция сигнал РО в пламени ацетилен-воздух подавляется за счет